



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 4 月 1 1 日
Date of Application:

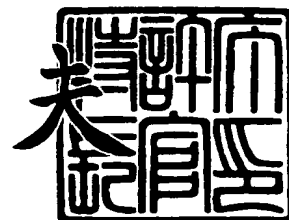
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 0 7 6 5 5
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 1 0 7 6 5 5]

出 願 人 三 菱 住 友 シ リ コ ン 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 1 月 1 4 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出 証 番 号 出 証 特 2 0 0 3 - 3 0 9 4 5 7 6

【書類名】 特許願

【整理番号】 MSH003001

【提出日】 平成15年 4月11日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号
 三菱住友シリコン株式会社内

 【氏名】 渡邊 英樹

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号
 三菱住友シリコン株式会社内

 【氏名】 稲見 修一

【特許出願人】

 【識別番号】 302006854

 【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100096080

 【弁理士】

 【フリガナ】 イウチ リュウジ

 【氏名又は名称】 井内 龍二

 【電話番号】 0725-21-4440

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 015990

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0203107

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 溶融液が充填される坩堝、該坩堝の周辺に位置するヒータ、及び前記溶融液の直上に位置した状態の種結晶を取り囲むように位置させ得る発熱部と、該発熱部を単結晶の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段等を備えた単結晶引き上げ装置において、

前記発熱部が、鉛直方向下部領域と鉛直方向上部領域とで異なる発熱強度を有し、前記鉛直方向下部領域の発熱強度が前記鉛直方向上部領域の発熱強度より高められた構造となっていることを特徴とする単結晶引き上げ装置。

【請求項 2】 前記鉛直方向上部領域の発熱強度と前記鉛直方向下部領域の発熱強度との比が、上部：下部＝1：2.0～5.0に設定されていることを特徴とする請求項 1 記載の単結晶引き上げ装置。

【請求項 3】 請求項 1 又は請求項 2 記載の単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ方法であって、

前記種結晶を前記溶融液に着液させてネック部を形成する際に、前記発熱部の加熱パワーを種結晶先端部表層を気化させ得る加熱パワー（以下、シードメルトパワーと記す）の30～80%の範囲に設定することを特徴とする単結晶引き上げ方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法に関し、より詳細にはチョクラルスキー法（以下、CZ法と記す）に代表される引き上げ法により、シリコン等からなる単結晶を引き上げる際に使用される単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

現在、大規模集積回路（LSI）等の回路素子形成用基板の製造に使用されて

いるシリコン単結晶の大部分は、CZ法により引き上げられている。引き上げ単結晶を無転位化する方法としては、結晶の直径を数mm程度にまで細くすることで無転位化を図る、ダッシュネック法と呼ばれる方法が一般的に用いられている。近年、引き上げ単結晶の大口径化に伴い、単結晶重量が大きくなってきており、細いネック部に掛かる荷重がシリコンの引張強度を超え、単結晶の引き上げ中に結晶が落下する虞れが大きくなってきている。

【0003】

上記虞れに対処するため、移動可能な補助加熱手段を用いて種結晶を予熱し、種結晶を熔融液に接触させる際の熱ショックによる導入転位を抑制し、ネック部を形成することなく引き上げ単結晶を無転位化する方法（特許文献1参照）や、ダッシュネック法による無転位化作業時にネック部を補助加熱手段を用いて加熱することにより、ネック部の温度分布を制御してネック部に作用する熱応力を軽減し、通常よりも太い直径のネック部でも引き上げ単結晶を無転位化できる方法（特許文献1参照）が開発されている。

【0004】

また、補助加熱装置の移動方法としては、種結晶を取り囲む環状の補助加熱ヒータにスリット状の開口部を形成し、無転位化作業の終了後に、前記開口部に結晶を通過させて前記補助加熱ヒータを斜め上方に移動させるようになっている（例えば、特許文献2参照）。

【0005】

図5は、このCZ法に用いられる、補助加熱法により種結晶を無転位化するための補助加熱手段25が装備された従来の単結晶引き上げ装置を模式的に示した断面図であり、図中21は坩堝を示している。

【0006】

この坩堝21は、有底円筒形状をした石英製坩堝21aと、この石英製坩堝21aの外側に嵌合された、同じく有底円筒形状をした黒鉛製坩堝21bとから構成されており、坩堝21は、図中の矢印A方向に所定の速度で回転する支持軸28に支持されている。この坩堝21の外側には、抵抗加熱式のメインヒータ22、メインヒータ22の外側には保温筒27が同心円状に配置されており、坩堝2

1 内には、このメインヒータ 2 2 により溶融される結晶用原料である熔融液 2 3 が充填されるようになっている。また、坩堝 2 1 の中心軸上には、引き上げ棒あるいはワイヤー等からなる引き上げ軸 2 4 が吊設されており、この引き上げ軸 2 4 の先に、保持具 2 4 a を介して種結晶 3 5 が取り付けられるようになっている。また、これら部材は、圧力の制御が可能な水冷式のチャンバ 2 9 内に納められている。

【0007】

補助加熱手段 2 5 は平面視 U 字形状の側壁ストレートタイプの発熱部 2 5 a、電極 2 5 b を備え、移動手段 2 5 c により石英製坩堝 2 1 a の中心上方へ進退可能に支持されている。

【0008】

上記した単結晶引き上げ装置を用いて単結晶 3 6 を引き上げる方法を、図 6 に基づいて説明する。図 6 (a) ~ (d) は、単結晶を引き上げる各工程のうちの一部の工程における、種結晶の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

【0009】

図 6 には示していないが、まずチャンバ 2 9 内を減圧した後、不活性ガスを導入してチャンバ 2 9 内を減圧の不活性ガス雰囲気とし、その後メインヒータ 2 2 により結晶用原料を溶融させ、しばらく放置して熔融液 2 3 中のガスを十分に放出させる。

【0010】

次に、支持軸 2 8 と同一軸心で逆方向に所定の速度で引き上げ軸 2 4 を回転させながら、保持具 2 4 a に取り付けられた種結晶 3 5 を降下させて熔融液 2 3 に着液させ、種結晶 3 5 の先端部 3 5 a を熔融液 2 3 に馴染ませた後、単結晶 3 6 の引き上げを開始する（シーディング工程、図 6 (a)）。

次に、種結晶 3 5 の先端に結晶を成長させてゆくが、このとき補助加熱手段 2 5 の発熱部 2 5 a により種結晶 3 5 と熔融液 2 3 との界面を加熱し、種結晶 3 5 の温度分布に起因する熱応力を低減させ、ネック部 3 6 a を形成して無転位化させる（無転位化工程、図 6 (b)）。

次に、移動手段 2 5 c を駆動させて発熱部 2 5 a をネック部 3 6 a から退避さ

せ、その後引き上げ軸 24 の引き上げ速度（以下、単に引き上げ速度とも記す）を落としてネック部 36 a を所定の径まで成長させ、ショルダー 36 b を形成する（ショルダー形成工程、図 6（c））。

次に、一定の速度で引き上げ軸 24 を引き上げることにより、一定の径、所定長さのメインボディ 36 c を形成する（メインボディ形成工程、図 6（d））。

その後、図 6 には示していないが、最後に急激な温度変化により単結晶 36 に高密度の転位が導入されないように、単結晶 36 の直径を徐々に絞って単結晶 36 全体の温度を徐々に降下させ、終端コーンを形成する。その後、単結晶 36 を熔融液 23 から切り離し、冷却して単結晶 36 の引き上げを完了させる。

【0011】

【特許文献 1】

特開平 11-189488 号公報

【特許文献 2】

特開 2001-278695 号公報

【0012】

【発明が解決しようとする課題】

上記した従来の単結晶引き上げ装置においては、補助加熱手段 25 の発熱部 25 a により種結晶 35 と熔融液 23 との界面を加熱し、種結晶 35 の温度分布に起因する熱応力を低減させることにより、ネック部 36 a の無転位化を図ることができるようになっている。

【0013】

しかしながら、ネック部 36 a の育成中に結晶側面を発熱部 25 a により加熱するため、結晶成長の基本原則である抜熱により結晶が固化するという物理現象に相反する面を持っている。このためこのプロセスは微妙な熱バランスの上に成り立っており、ネック部 36 a の育成には作業者の熟練が必要となると同時に、ネック部 36 a の育成時の引き上げ速度は従来のネッキング工程の一般的な引き上げ速度（2～4 mm/min）ほど速くすることができない。そのため少なくとも従来行われていたネッキング工程と同程度の所要時間、およそ 1 時間から 2 時間を要してしまうという課題があった。

【 0 0 1 4 】

本発明は上記課題に鑑みなされたものであって、補助加熱手段を用いて種結晶及び／又はネック部を加熱して単結晶を引き上げる場合でも、前記ネック部の形成速度を速めることのできる単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法を提供することを目的としている。

【 0 0 1 5 】**【課題を解決するための手段及びその効果】**

上記目的を達成するために、本発明に係る単結晶引き上げ装置（１）は、熔融液が充填される坩堝、該坩堝の周辺に位置するヒータ、及び前記熔融液の直上に位置した状態の種結晶を取り囲むように位置させ得る発熱部と、該発熱部を単結晶の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段等を備えた単結晶引き上げ装置において、前記発熱部が、鉛直方向下部領域と鉛直方向上部領域とで異なる発熱強度を有し、前記鉛直方向下部領域の発熱強度が前記鉛直方向上部領域の発熱強度より高められた構造からなることを特徴としている。

【 0 0 1 6 】

上記した単結晶引き上げ装置（１）によれば、前記発熱部が、鉛直方向下部領域と鉛直方向上部領域とで異なる発熱強度を有し、前記鉛直方向下部領域の発熱強度が前記鉛直方向上部領域の発熱強度より高められた構造からなるので、前記発熱部による発熱分布のピーク位置を前記発熱部の鉛直方向下方位置に移動させることができる。したがって、前記発熱部上部から上方への放熱を増大させることができ、前記発熱部の放熱特性を改善することができ、ネック部の形成速度を速めることができる。

【 0 0 1 7 】

なお、発熱強度とは、単位面積当たりの発熱量のことを示している。また、前記鉛直方向上部領域と前記鉛直方向下部領域との高さの比は、 $24 : 1 \sim 7 : 3$ 、好ましくは $9 : 1 \sim 8 : 2$ に設定される。例えば、前記発熱部の高さを 50 mm とした場合、前記鉛直方向下部領域は、前記発熱部の下端部から $2 \sim 15\text{ mm}$ の領域に設され、より好ましくは、前記発熱部の下端部から $5 \sim 10\text{ mm}$ の領域に設定される。前記鉛直方向下部領域を 5 mm 未満にすると、発熱ピーク位置を

下方に大きくずらすことができ、前記ネック部の形成速度を速める効果を高めることができるが、上方への抜熱が大きくなるため固液界面とその上方とにおける熱的バランスが悪くなり、無転位化に必要な温度勾配の確保が難しくなる。一方、前記鉛直方向下部領域を 10 mm より大きくすると、固液界面の温度分布が小さくなるため前記ネック部の形成速度が遅くなる。

【0018】

また本発明に係る単結晶引き上げ装置（2）は、上記単結晶引き上げ装置（1）において、前記鉛直方向上部領域の発熱強度と前記鉛直方向下部領域の発熱強度との比が、上部：下部＝1：2.0～5.0 に設定されていることを特徴としている。

【0019】

上記した単結晶引き上げ装置（2）によれば、前記鉛直方向上部領域の発熱強度と前記鉛直方向下部領域の発熱強度との比が、上部：下部＝1：2.0～5.0 に設定されているので、固液界面とその上方とにおける熱的バランスを良好に保つことができ、前記発熱部上方への抜熱を適切な範囲で増大させることができ、無転位化に必要な温度勾配を適切に保つことができる。したがって、ネック部の形成速度を速めることができるとともに、前記ネック部を確実に無転位化させることができる。

【0020】

また本発明に係る単結晶引き上げ方法（1）は、上記単結晶引き上げ装置（1）又は（2）を用いた単結晶引き上げ方法であって、前記種結晶を前記熔融液に着液させてネック部を形成する際に、前記発熱部の加熱パワーがシードメルトパワーの 30～80% の範囲で設定されることを特徴としている。

【0021】

上記した単結晶引き上げ方法（1）によれば、前記種結晶を前記熔融液に着液させてネック部を形成する際に、前記発熱部の加熱パワーがシードメルトパワーの 30～80% の範囲で設定されるので、固液界面での転位の除去に必要な温度勾配を適切に保つことができ、また、前記発熱部直下の熔融液温度と熔融液外周部の温度との熱的バランスを適切に保つことができる。したがって、前記ネック

部での熱応力が低減され、前記ネック部内における転位の発展を阻止し、前記ネック部の育成中に確実に無転位化を図ることができ、この結果、前記ネック部下部より成長させる単結晶を確実に無転位化することができる。

【0022】

【発明の実施の形態】

以下、本発明に係る単結晶引き上げ装置、及び単結晶引き上げ方法の実施の形態を図面に基づいて説明する。尚、従来例と同一の機能を有する構成部品については同一の符号を付してその説明を省略することとする。

本実施の形態に係る単結晶引き上げ装置は、12インチ（約300mm）以上の大口径、いわゆる大重量単結晶の引き上げを前提としている。

【0023】

図1は、実施の形態に係る単結晶引き上げ装置の要部を模式的に示した部分断面図であり、図2（a）～（c）はこの単結晶引き上げ装置における補助加熱手段の発熱部を模式的に示した平面図、正面図、及び側面図である。

【0024】

図中10は整流治具を示している。整流治具10の本体部10aは逆円錐台側面形状を有すると共に、引き上げられた単結晶36を取り囲むように位置し、本体部10aの下端部が坩堝21内に充填される熔融液23面の上方近傍に位置させ得るように配設され、熔融液23面と整流治具10の下端部とのギャップG₁が75mm程度となるように設定されている。

【0025】

図中15は補助加熱手段を示しており、補助加熱手段15は、図2（a）、（b）に示すように、種結晶35の水平方向に関する外周長さの半分以上を取り囲むと共に種結晶35から退避するための開口部15dを有し、熔融液23の直上に位置した状態の種結晶35を取り囲むように位置させ得る平面視U字形状の発熱部15aと、この発熱部15aに電力を供給するとともに、発熱部15aを下降又は上昇させる際の角度を決定するための電極15bと、ネック部36a形成後、メインボディ部36cを形成する際に発熱部15aを単結晶36の通過領域

より退避させるための移動機構（図示せず）とを含んで構成されている。

【0026】

発熱部 15 a は、例えば、上部領域 B と下部領域 A とに所定間隔で交互にスリット 15 e が形成されている抵抗加熱式ヒータから構成することができ、発熱部 15 a の下部領域 A の厚み W_A が上部領域 B の厚み W_B より薄くなるように形成されており、発熱部 15 a では、図 2 (c) に矢印で示したようにスリット 15 e 間を電気が流れるようになっている。

【0027】

このように下部領域 A の厚み W_A が上部領域 B の厚み W_B より薄く形成されることにより、厚み W_A における抵抗値が高くなり、下部領域 A での発熱強度が上部領域 B での発熱強度より高められるようになっている。発熱部 15 a の上部領域 B と下部領域 A との発熱強度の比は、上部領域 B : 下部領域 A = 1 : 2.0 ~ 5.0 に設定されるようになっている。

【0028】

また下部領域 A は、例えば、発熱部 15 a の高さを 50 mm とした場合、発熱部 15 a 下端から 2 ~ 15 mm の範囲となるように設定される。また発熱部 15 a 下端と熔融液 23 面とのギャップ G_2 は、熔融液 23 と発熱部 15 a とが接触しない程度でかつ種結晶 35 の先端部 35 a を効率よく高温化できる距離、例えば 5 ~ 30 mm の範囲に設定されるようになっている。ギャップ G_2 が 5 mm 未満になると熔融液 23 との接触の恐れがあり、好ましくなく、また、ギャップ G_2 が 30 mm を越えると固液界面での転位の除去に必要な温度勾配の減少を実現しにくくなり好ましくない。

【0029】

また、発熱部 15 a の加熱パワーは種結晶 35 の先端部 35 a を熔融するに至るシードメルトパワーの 30 ~ 80 % の範囲に設定されるようになっている。前記加熱パワーがシードメルトパワーの 30 % 未満であると、固液界面での転位の除去に必要な温度勾配の現象を実現しにくくなり、80 % を超えると、発熱部 15 a 直下の熔融液温度と熔融液外周部温度との熱的バランスが崩れ、熔融液外周部が低温化して結晶析出が発生し、引き上げが困難な状態となる。

【0030】

また、補助加熱手段15の少なくとも発熱部15aは、炭素材及び炭素材の表面にコーティングされた炭化珪素材から形成されており、移動機構も炭素材及び炭素材の表面にコーティングされた炭化珪素材から形成されていることが望ましく、このように補助加熱手段15を炭素材及び炭素材の表面にコーティングされた炭化珪素材から形成することにより、発熱部15aが高温になっても、発熱部15aから不純物が発生して引き上げられる単結晶36に悪影響を与えるといった事態の発生を阻止することができる。

【0031】

図2に示した補助加熱手段15における発熱部15aは開口部15dを有する平面視U字形状の1個の曲面的部材から構成されているが、別の実施の形態に係る単結晶引き上げ装置では、図3(a)、(b)に示したように、補助加熱手段150を構成する発熱部150aが複数の移動可能な発熱部150aから構成され、種結晶35の水平方向に関する外周長さの略全周を取り囲めるように略円筒形に形成されるようになっていても良く、かかる分割構造の全周形発熱部150aが、種結晶35及びネック部36aの均一加熱といった観点からは好ましい。なおこの場合においても、発熱部150aの下部領域Aの厚み W_A が上部領域Bの厚み W_B より薄くなるように形成されている。

【0032】

次に、上記実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ方法について説明する。図4(a)～(e)は、実施の形態に係る単結晶引き上げ方法の各工程のうちの、一部の工程を実施する際の、種結晶35の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

以下に説明する工程以前の工程は、「従来の技術」の項で説明した方法と同様の方法で行う。

【0033】

支持軸28(図5)と同一軸心で逆方向に所定の速度で引き上げ軸24(図1)を回転させながら、保持具24a(図1)に取り付けられた種結晶35を溶解液23の直上まで降下させ、種結晶35の予熱を行い、種結晶35の先端部35

a の温度を上昇させる (図 4 (a))。

【0034】

種結晶 35 の直径を小さくすることにより、先端部 35 a の熱容量が減少し、種結晶 35 が熔融液 23 に着液させる際の温度変化が容易となり、着液時の径方向の温度分布が生じにくくなって、作用する熱応力が小さくなり、着液時の導入転位数が減少する。種結晶 35 の直径 D が 5 mm 未満であると、12 インチ程度の直径で 300 kg を超える重量の単結晶 36 を支持するのが難しくなり、他方、種結晶 35 の直径 D が 15 mm を超えると、単結晶 36 を支持するのには十分であるが、種結晶 35 が大きすぎて補助加熱手段 15 を用いての均一加熱が困難となり、種結晶 35 に発生する熱応力が増大して転位を除去することが困難になる。従って、種結晶 35 の直径 D は 5 ~ 15 mm の範囲で設定することが好ましい。

【0035】

前記予熱時間を 5 ~ 60 分程度とることにより、種結晶 35 の先端部 35 a の温度が上昇し、1200 ~ 1300℃程度の温度となる。着液前予熱時の熔融液 23 と種結晶 35 の先端部 35 a との距離 H は、1 ~ 30 mm の範囲で設定することが好ましく、種結晶 35 を出来る限り熔融液 23 表面温度に近づけるために、さらに好ましくは 5 mm 程度の距離に設定する。

【0036】

前記予熱の後、さらに種結晶 35 の先端部 35 a を補助加熱手段 15 を用いて加熱し、先端部 35 a の温度を 1380 ~ 1420℃まで上昇させておくことが望ましい。種結晶 35 の先端部 35 a の温度が 1380℃以上であれば、種結晶 35 を降下させて先端部 35 a を熔融液 23 に接触させる過程において、熱応力に起因する転位の発生を著しく抑制することができる。

【0037】

但し、種結晶 35 の先端部 35 a の温度が 1420℃を超えると、種結晶 35 が補助加熱手段 15 に近い部分から熔融し始めるが、種結晶 35 を降下させて先端部 35 a を熔融液 23 に接触させる過程において、熔融液 23 の温度が予想よりも高い場合や、熔融液 23 の表面の温度変動が大きい場合に、溶断してしまう

可能性が高くなる。

【0038】

次に、種結晶 35 を降下させ、種結晶 35 の先端部 35 a を熔融液 23 に着液させる（図 4（b））。この着液時において、種結晶 35 の先端部 35 a は、熔融液 23 との温度差が小さくなっているため、温度差に起因して種結晶 35 中に発生する熱応力は小さい。そのため種結晶 35 として無転位のものを使用した場合には転位が導入されることはほとんどない。また、単結晶 36 の引き上げ中に有転位化した場合の単結晶 36 の再熔融後など、種結晶 35 に若干の転位を含む場合の再引き上げ時に、種結晶 35 を熔融液 23 へ再度接触させても転位が増殖、伸展することがない。

【0039】

次に、種結晶 35 の先端に結晶を成長させていくが、このとき後述するメインボディ 36 c の形成速度よりも速い速度で引き上げ軸 24 を引き上げ、単結晶 36 の成長界面（ネック部 36 a の先端面）の形状を下に凸形状としてネック部 36 a を形成する（図 4（c））。本実施の形態に係る装置では、径が太くても転位除去可能なネック部 36 a を形成することができる。それは、育成中のネック部 36 a への発熱部 15 a からの輻射量が増大するため、ネック部 36 a 結晶内の熱分布を平面化し、熱応力が軽減することにより、ネック部 36 a での転位除去能力が増大するからである。

【0040】

ネック部 36 a の直径は 7 ～ 12 mm が好ましく、12 mm より大きいとネック部 36 a の育成中に平面的な熱分布が得られにくいため、熱応力が大きくなり、転位除去能力が低下してしまう。したがって、直径が 7 ～ 12 mm の種結晶 35 を用いる場合には、種結晶 35 と同径のネック部 36 a を形成すればよく、また直径 12 mm を越える大きさの種結晶 35 を用いる場合には、ネック部 36 a が 12 mm 以下となるように縮径させればよい。

【0041】

万一種結晶 35 の熔融により完全に無転位化を図ることができずに転位が僅かに残った場合でも、ネック部 36 a の熱応力が低減されてネック部 36 a の形成

中に転位が除去され、ネック部 36 a 下部より成長させる単結晶 36 が確実に無転位化されるため、ネック部 36 a を引き上げる際には、補助加熱手段 15 を用いてネック部 36 a 近傍を引き続き加熱することが望ましい。

【0042】

次に、補助加熱手段 15 への電力供給を停止し、発熱部 15 a をネック部 36 a の周囲から退避させた後、単結晶 36 を所定の径（12 インチ程度）まで成長させて、ショルダー 36 b を形成する。この後、所定の引き上げ速度で単結晶 36 を引き上げて、メインボディ 36 c を形成する（図 4（d）、（e））。

【0043】

その後は、「従来の技術」の項で説明した方法と略同様の方法により単結晶 36 を引き上げ、熔融液 23 から切り離して冷却させることにより単結晶 36 の引き上げを完了する。

【0044】

なお、上記実施の形態では、CZ 法に本発明を適用した場合について説明したが、本発明は何ら CZ 法への適用に限定されるものではなく、例えば磁場を印加する MCZ 法にも同様に適用可能である。

【0045】

また、上記実施の形態では、種結晶 35 が略円柱形状である場合について説明したが、別の実施の形態では種結晶が多角柱形状であっても良く、この場合もネック部 36 a の直径が 7 ～ 12 mm の範囲になるようにすれば良い。

【0046】

また、上記実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用いて、種結晶 35 及びネック部 36 a のいずれにも発熱部 15 a による加熱により輻射量が増大される場合の単結晶引き上げ方法についてのみ、ここでは説明しているが、種結晶 35 への輻射量だけを増大させて、ネック部 36 a を形成せずに単結晶 36 を引き上げることや、ネック部 36 a への輻射量だけを増大させて、ネック部 36 a での転位除去能力の増大を図ることにより、単結晶 36 を引き上げることができることは、言うまでもない。

【0047】

【実施例及び比較例】

以下、実施例に係る単結晶引き上げ装置、及び単結晶引き上げ方法を説明する。また、比較例として、発熱強度が高められた下部領域Aを有さない従来の発熱部で加熱しながらネック部を形成した場合についても説明する。以下、その条件を記載する。

[実施例1～15及び比較例1に共通する条件]

| | |
|----------------|-------------------------|
| 結晶用原料の仕込み量 | : 260 kg |
| チャンバー29内の雰囲気 | : Ar 雰囲気 |
| Arの流量 | : 160リットル/分 |
| 炉内圧力 | : 1.33×10^3 Pa |
| 坩堝21の直径 | : 813 mm |
| ネック部36aの直径 | : 7～8 mm |
| 引き上げる単結晶36の形状 | |
| 直径 | : 約300 mm (12インチ) |
| 長さ | : 約200 mm |
| 種結晶35の形状 | |
| 直径 | : 8 mm |
| 補助加熱手段15、25の高さ | : 50 mm |
| 引き上げ回数 | : 10回 |

【0048】

下記の表1に、個別条件とそれぞれの場合の、単結晶36のDF (dislocation Free) 率及びネック部36aの形成速度を示している。比較例1は、発熱強度が高められた下部領域Aを有さない従来の発熱部25aを有する補助加熱手段25を備えた単結晶引き上げ装置を用いた。また、実施例1～15は、上記実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用い、①発熱部15aの下部領域Aの高さ、②上部領域Bと下部領域Aとの発熱強度の比(発熱強度の上下比)、③発熱部15a下端と熔融液23面との距離(ギャップG₂)、④発熱部15aの加熱パワー(シードメルトパワーに対する相対強度)のそれぞれを変化させて、ネック部36aを形成した。

なお表中DF (dislocation Free) 率は、引き上げ回数10回のうち、無転位 (DF) で引き上げができた回数の割合を示している。また、無転位 (DF) の判定は、ネック部形成後、所定の拡張操作 (肩部形成、ショルダー部形成) を行い、約300mmのメインボディ36cを200mm引き上げる操作を行い、上記引き上げ操作範囲内で、単結晶が有転位化し結晶軸の軸切れを生じなかった場合を無転位 (DF) と判定した。またネック部36aの形成速度は、各条件における平均速度を示している。

【0049】

【表1】

| | 下部領域A の高さ (mm) | 発熱強度の 上下比 上部:下部 =1:X | ギャップ G ₂ (mm) | 加熱パワー (シールドパワー に対する相 対強度) (%) | DF率 (%) | 形成速度 (mm/min) | 備考 |
|-------|-------------------|-------------------------------|-----------------------------|--|------------|------------------|----------------------|
| 比較例1 | 0 | 1.0 | 15 | 50 | 80 | 1.5以下 | 従来法 |
| 実施例1 | 2 | 2.0 | 15 | 50 | 50 | 3.5 | |
| 実施例2 | 5 | 2.0 | 15 | 50 | 100 | 3.0以下 | |
| 実施例3 | 10 | 2.0 | 15 | 50 | 100 | 2.5以下 | |
| 実施例4 | 15 | 2.0 | 15 | 50 | 100 | 0.7以下 | |
| 実施例5 | 10 | 5.0 | 15 | 50 | 100 | 2.0以下 | |
| 実施例6 | 10 | 6.0 | 15 | 50 | 50 | 1.8以下 | |
| 実施例7 | 10 | 5.0 | 5 | 50 | 100 | 1.0以下 | |
| 実施例8 | 10 | 5.0 | 10 | 50 | 100 | 1.5以下 | |
| 実施例9 | 10 | 5.0 | 20 | 50 | 100 | 3.0以下 | |
| 実施例10 | 10 | 5.0 | 30 | 50 | 50 | 3.5以下 | |
| 実施例11 | 10 | 5.0 | 15 | 10 | 0 | 5.0以下 | |
| 実施例12 | 10 | 5.0 | 15 | 30 | 100 | 3.0以下 | |
| 実施例13 | 10 | 5.0 | 15 | 80 | 100 | 1.2以下 | |
| 実施例14 | 10 | 5.0 | 15 | 90 | 70 | 0.5以下 | 融液外周部結晶析出 |
| 実施例15 | 10 | 5.0 | 15 | 100 | 0 | | ネック部育成不可、 種結晶結晶切れ |

【0050】

＜発熱部 15 a の下部領域 A の高さの影響について＞

表 1 に示した比較例 1 及び実施例 1～4 の結果から明らかなように、下部領域 A を備えていない発熱部 25 を使用した比較例 1 の場合には、ネック部 36 a の形成速度が 1.5 mm/min 以下であるのに対して、 $2 \sim 10 \text{ mm}$ の下部領域 A を備えている発熱部 15 a を使用した実施例 1～3 の場合には、ネック部 36 a の形成速度が $2.5 \sim 3.5 \text{ mm/min}$ と、2 倍前後まで速くなっている。

これは、発熱部 15 a に下部領域 A を設けることにより発熱分布のピーク位置が発熱部 15 a の下方位置にずらされる結果、発熱部 15 a 上部での上方への放熱量が増えて、発熱部 15 a の上部領域 B でのネック部 36 a の抜熱が促進される結果、結晶が固化され易くなるためと思われる。

ただし、実施例 1 のように下部領域 A を 2 mm まで小さくすると、ネック部 36 a の形成速度は、 3.5 mm/min まで高められるものの DF 率が 50% となり、好ましくない。また、実施例 4 のように下部領域 A を 15 mm まで大きくすると、DF 率は 100% となるものの、固液界面の温度分布が極端に小さくなるためにネック部 36 a の形成速度が 0.7 mm/min まで低下し、実用的ではない。

【0051】

＜発熱部 15 a における発熱強度比の影響について＞

表 1 に示した実施例 3、5、6 の結果から明らかなように、発熱部 15 a における発熱強度の上下比が上部：下部 = $1 : 2.0$ （実施例 3）、 $1 : 5.0$ （実施例 5）の場合は、ネック部 36 a の形成速度が、それぞれ 2.5 mm/min 以下、 2.0 mm/min 以下となり、比較例 1 と比べてネック部 36 a の形成速度を速めることができ、しかも DF 率は 100% となり、確実に無転位化することができた。

一方、発熱強度の上下比が $1 : 6.0$ （実施例 6）の場合は DF 率が 50% になってしまった。これは固液界面とその上方での熱的バランスが悪く、上方への放熱が大きいために無転位化に必要な温度勾配の確保が難しいことによるためと考えられる。

【0052】

＜発熱部 15 a 下端と熔融液 23 面との距離（ギャップ G_2 ）の影響について＞

表 1 に示した実施例 7～10 の結果から明らかなように、発熱部 15 a 下端と熔融液 23 面とのギャップ G_2 が 5～20 mm に設定された実施例 7～9 では DF 率が 100% となり、確実に無転位化させることができたが、ギャップ G_2 が 30 mm に設定されると DF 率が 50% まで低下した。これは、ギャップ G_2 の増大と共に固液界面での温度分布が大きくなり、無転位化しにくくなるためと考えられる。また、ネック部 36 a の形成速度も速めるためには、ギャップ G_2 を 20 mm 程度に設定することが好ましい。

【0053】

＜発熱部 15 a の加熱パワーの影響について＞

表 1 に示した実施例 11～15 の結果から明らかなように、ネック部 36 a 形成時の発熱部 15 a の加熱パワーが予熱時に種結晶先端部を熔融するパワー（シードメルトパワー）の 10%（実施例 11）または、100%（実施例 15）に設定されたときの DF 率は、共に 0% となってしまう、転位を除去することができなかった。また、シードメルトパワーの 90% に設定された場合（実施例 14）では DF 率は 70% となり、同 30%（実施例 12）及び 80%（実施例 13）に設定された場合には、DF 率は 100% となり、確実に無転位化することができた。

このように発熱部 15 a の加熱パワーがシードメルトパワーの 30% 未満に設定された場合は、転位を除去するのに必要な温度分布を形成することができないために転位を除去することができず、また 80% より大きく設定された場合は、過加熱により結晶が熔融してしまい、ネック部 36 a の育成が不可能となった。

発熱部 15 a の加熱パワーをシードメルトパワーの 30～80% に設定することにより、確実に無転位化することができた。なお、ネック部 36 a の形成速度も同時に速めるには、発熱部 15 a の加熱パワーをシードメルトパワーの 30% 程度に設定することが好ましい。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の実施の形態に係る単結晶引き上げ装置の要部を模式的に示した部分断面図である。

【図 2】

(a) は実施の形態に係る発熱部の形態を模式的に示した平面図、(b) は正面図、(c) は側面図である。

【図 3】

(a) は別の実施の形態に係る発熱部の形態を模式的に示した平面図、(b) は正面図である。

【図 4】

(a) ～ (e) は、実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ工程のうちの、一部を実施する際の、種結晶の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

【図 5】

従来の単結晶引き上げ装置の要部を模式的に示した部分断面図である。

【図 6】

(a) ～ (d) は、従来の単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ工程のうちの、一部を実施する際の、種結晶の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

【符号の説明】

1 5、2 5、1 5 0 補助加熱手段

1 5 a、2 5 a、1 5 0 a 発熱部

2 1 坩堝

2 2 メインヒータ

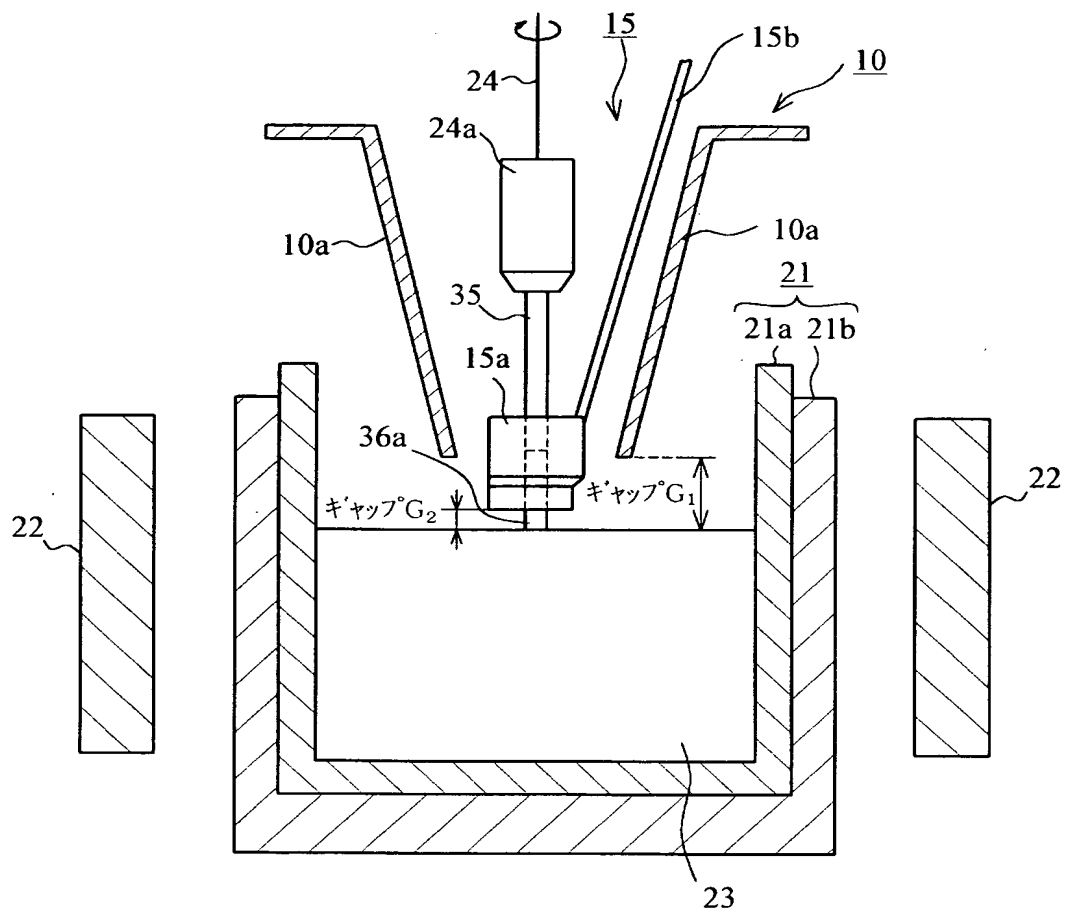
2 3 熔融液

3 5 種結晶

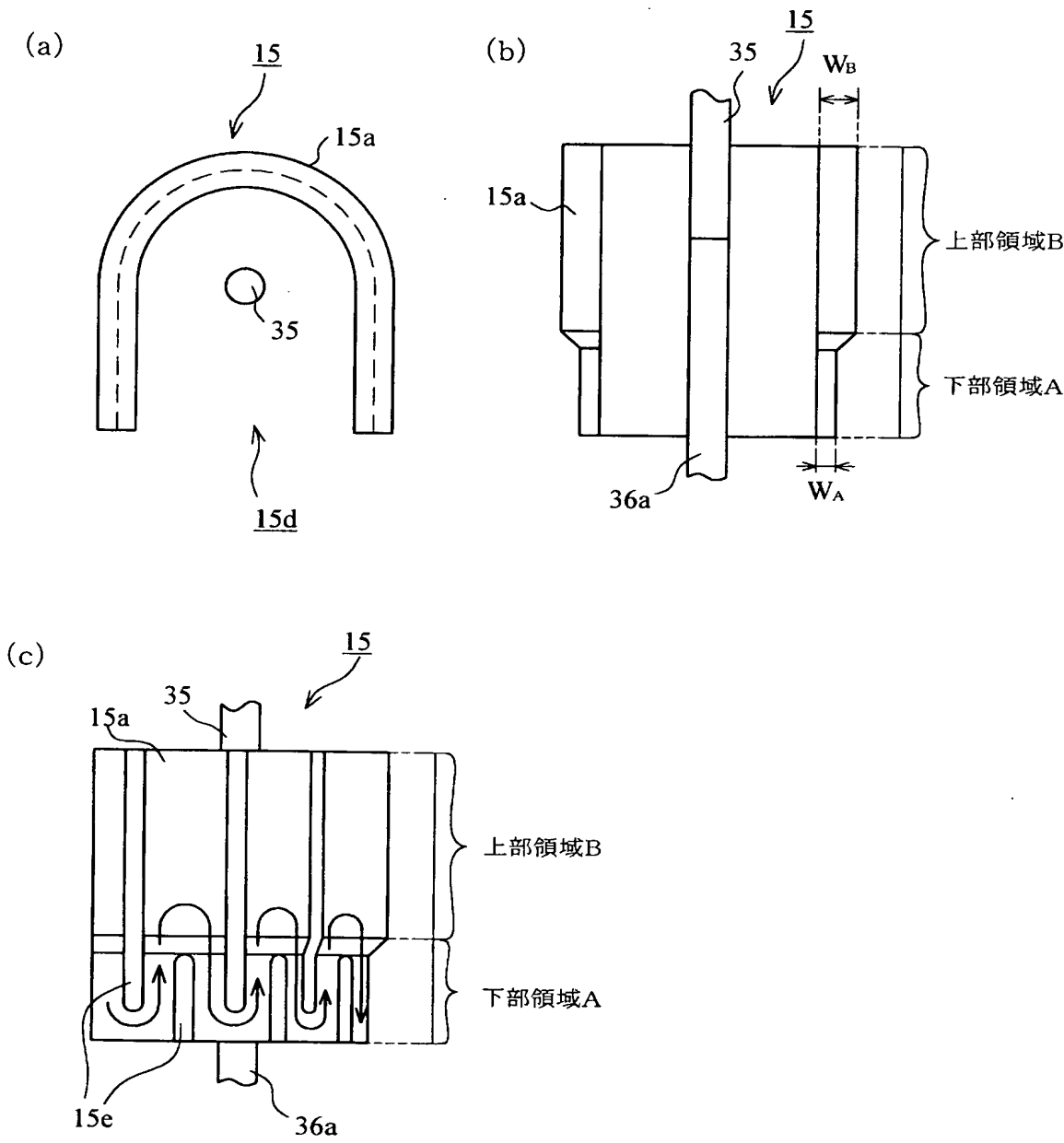
3 6 単結晶

【書類名】 図面

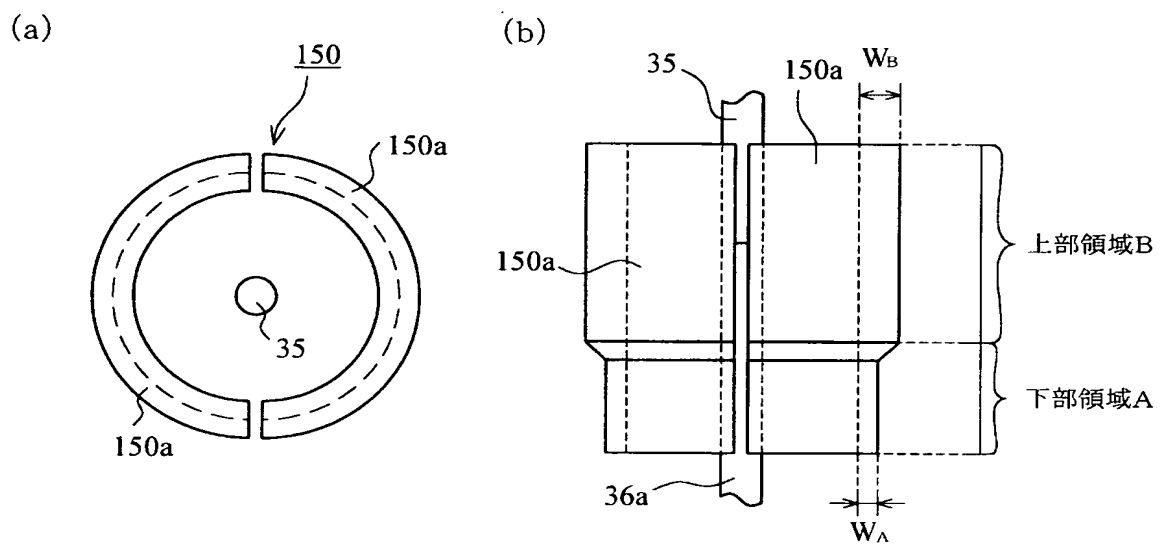
【図 1】



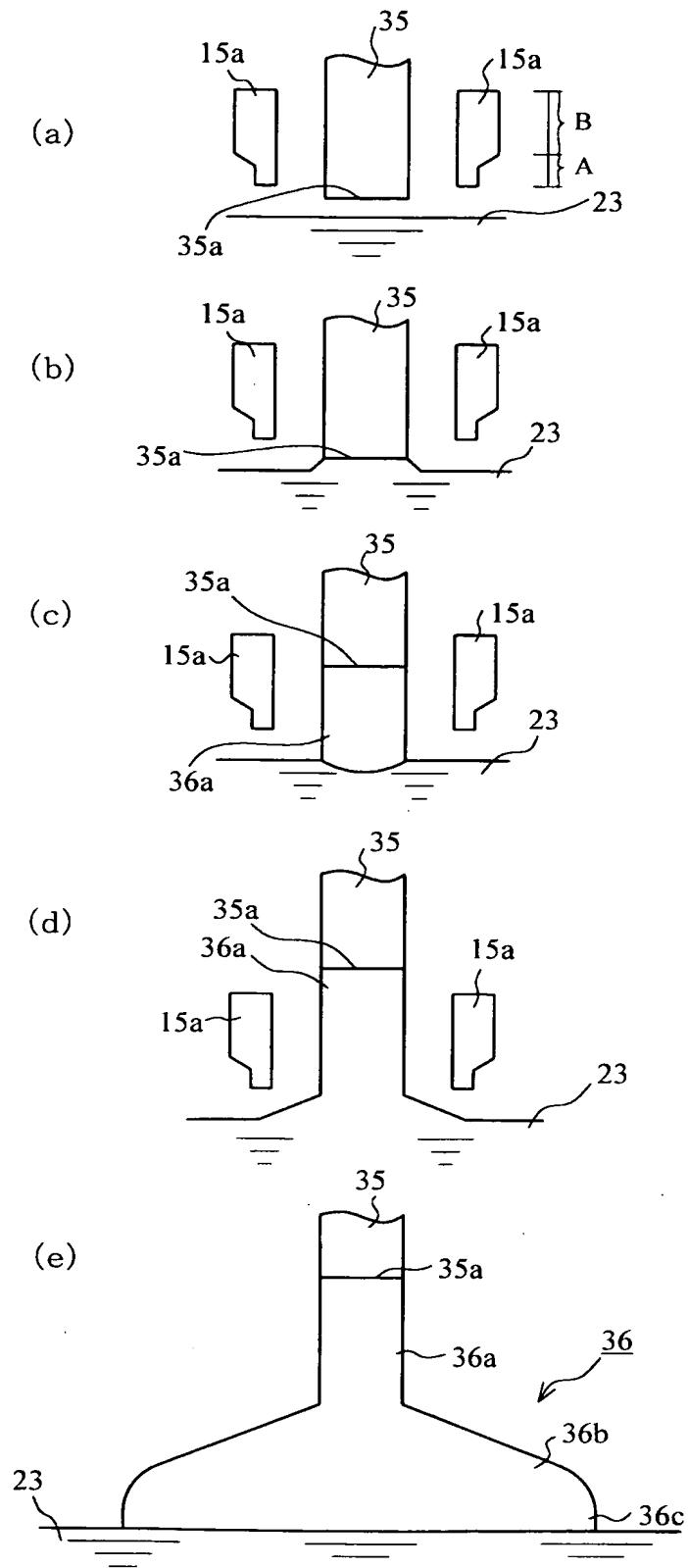
【図 2】



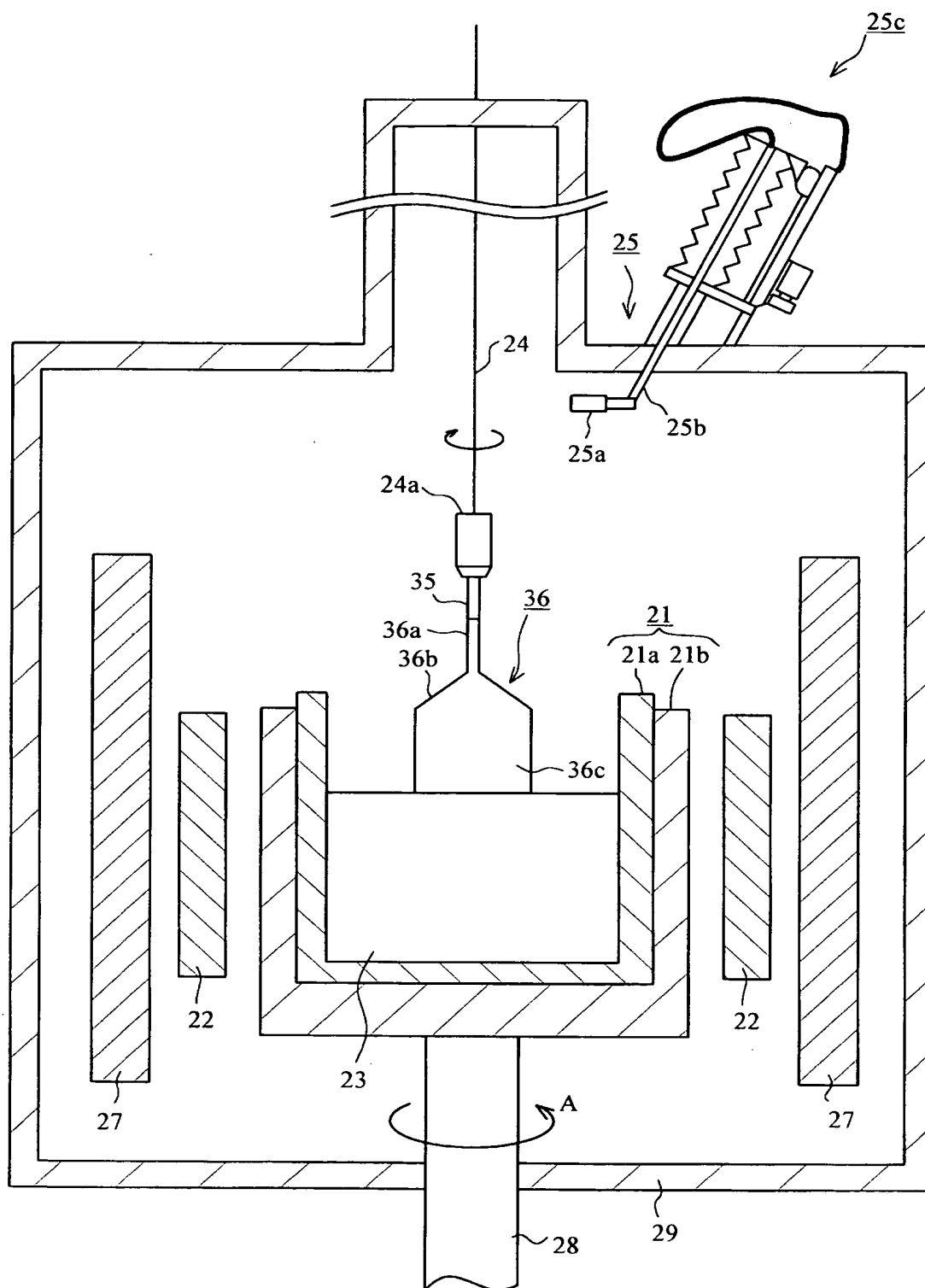
【図 3】



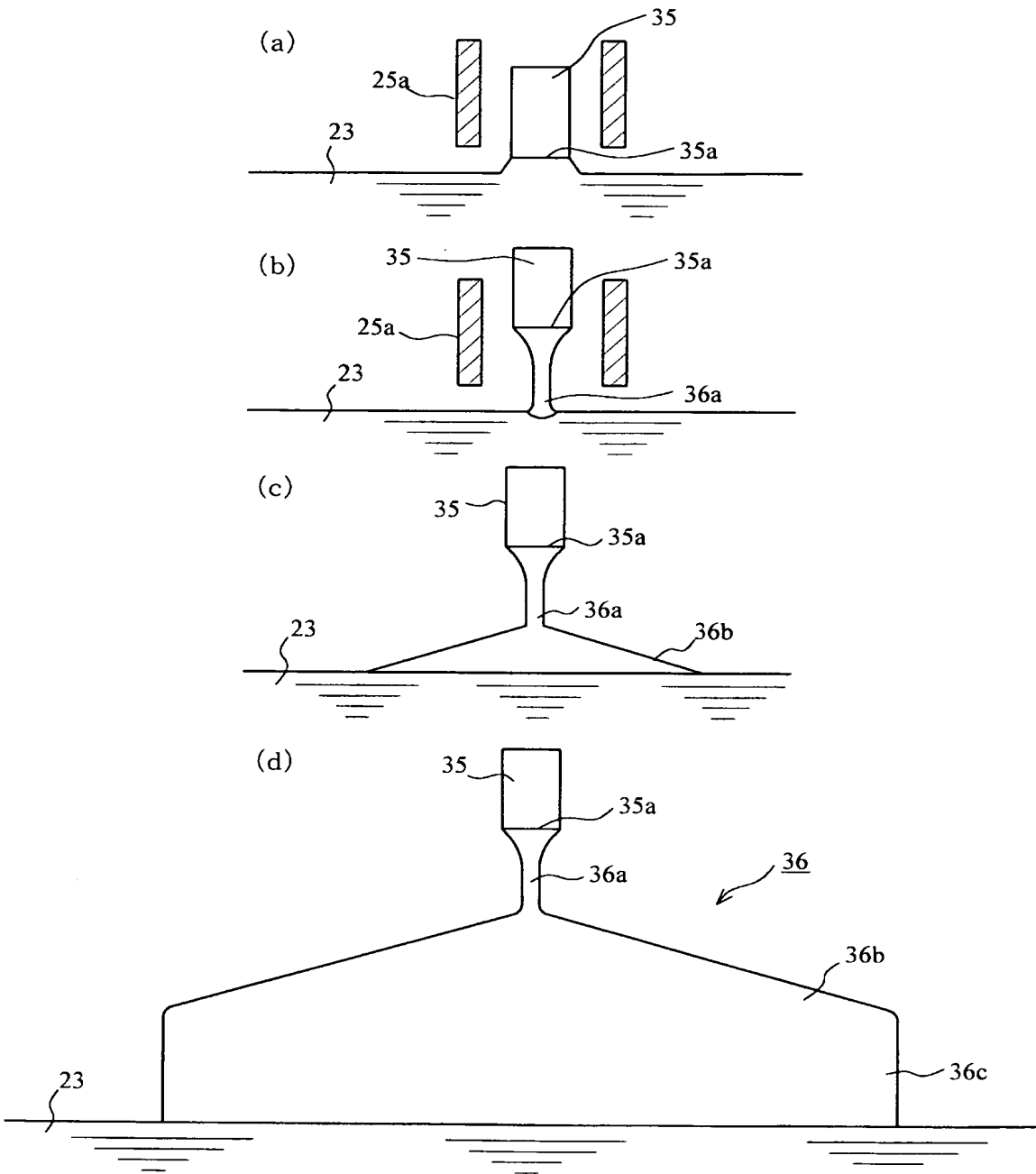
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 補助加熱手段を用いて種結晶及び／又はネック部を加熱して単結晶を引き上げる場合でも、ネック部の形成速度を速めることのできる単結晶引き上げ装置を提供すること。

【解決手段】 熔融液 23 が充填される坩堝 21、坩堝 21 の周辺に位置するメインヒータ 22、及び熔融液 23 の直上に位置した状態の種結晶 35 を取り囲むように位置させ得る発熱部 15a と、発熱部 15a を単結晶 36 の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段 15 等を備えた単結晶引き上げ装置において、発熱部 15a が、下部領域 A と上部領域 B とで異なる発熱強度を有し、下部領域 A の発熱強度が上部領域 B の発熱強度より高められた構造となっている。

【選択図】 図 1

特願 2003-107655

出願人履歴情報

識別番号

[302006854]

1. 変更年月日

2002年 1月31日

[変更理由]

新規登録

住所

東京都港区芝浦一丁目2番1号

氏名

三菱住友シリコン株式会社